

(19) BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

(12) Offenlegungsschrift  
(10) DE 4005008 A1

(51) Int. Cl. 5:  
A 61 K 7/13  
D 06 P 3/08

DE 4005008 A1

(21) Aktenzeichen: P 40 05 008.4  
(22) Anmeldetag: 19. 2. 90  
(23) Offenlegungstag: 22. 8. 91

(71) Anmelder:  
Wella AG, 6100 Darmstadt, DE

(72) Erfinder:  
Aeby, Johann; Mager, Herbert, Dr., Marly, CH

(54) Oxidationshaarfarbemittel aus einer flüssigen Farbträgermasse und einer emulsionsförmigen, oxidationsmittelhaltigen Zusammensetzung und Verfahren zum oxidativen Färben von Haaren

(57) Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Mittel zum oxidativen Färben von Haaren, erhalten durch Vermischen einer flüssigen Farbträgermasse mit einer Viskosität unter 100 mPa · s bei 30 Grad Celsius und einer emulsionsförmigen, 2,5 bis 12 Gewichtsprozent mindestens eines  $C_{10}^-$  bis  $C_{24}^-$ -Fettalkohols und ein Oxidationsmittel enthaltenden Zusammensetzung in einem Gewichtsverhältnis von 1 : 1,5 bis 1 : 4 sowie ein Verfahren zum oxidativen Färben von Haaren unter Verwendung dieses Mittels.  
Das neue Mittel vermeidet ein das Farbergebnis verschlechterndes Nachdunkeln der üblichen, auf flüssigen Farbträgermassen basierenden Oxidationshaarfarbemittel sowie die durch zu leicht entweichenden Ammoniak hervorgerufene Geruchsbelästigung und zeichnet sich durch eine gute Hautverträglichkeit aus.

DE 4005008 A1

## Beschreibung

5 Gegenstand der Erfindung ist ein Mittel zum oxidativen Färben von Haaren, das durch Vermischen einer flüssigen Farbstoffträgermasse und einer emulsionsförmigen, 2,5 bis 12 Gewichtsprozent mindestens eines C<sub>10</sub>-bis C<sub>24</sub>-Fettalkohols natürlicher oder synthetischer Herkunft und ein Oxidationsmittel enthaltenden Zubereitung in einem Mengenverhältnis von 1 : 1,5 bis 1 : 4 erhalten wird, sowie ein Verfahren zum oxidativen Färben von Haaren.

10 Oxidationshaarfarben sind heute, ebenso wie in der Vergangenheit, zentraler Bestandteil eines der Haarbehandlung dienenden, kosmetischen Produktsortiments. Sie bestehen aus zwei Komponenten, die kurz vor dem Gebrauch vermischt und dann auf das zu färbende Haar gebracht werden.

15 10 Die erste Komponente, die Farbstoffträgermasse, enthält die farberisch wirksamen Substanzen. Sie kann als Flüssigkeit, Gel oder auch als Emulsion vorliegen. Die zweite Komponente ist ein wäßriges, cremeförmiges oder auch pulverförmiges Produkt, in dem ein geeignetes Oxidationsmittel enthalten ist.

20 15 Die Färbung entsteht durch die Reaktion bestimmter Entwickler mit bestimmten Kupplersubstanzen in Gegenwart eines geeigneten Oxidationsmittels, zum Beispiel Wasserstoffperoxid. Als Entwicklersubstanzen werden vorzugsweise 1,4-Diaminobenzol, 2,5-Diaminotoluol, 2,5-Diaminophenylethanol, 4-Aminophenol und 4-Amino-3-methylphenol eingesetzt. Beispiele für übliche Kupplersubstanzen sind Resorcin, 4-Chlorresorcin, Sesamol, 2-Methylresorcin, 3-Aminophenol, 4-(2'-Hydroxyethyl)amino-1,2-methylen-dioxybenzol und 2-Amino-4-(2'-hydroxyethylamino)-anisol.

25 20 Farbträgermassen werden in einigen Ländern, zum Beispiel in den USA, bevorzugt flüssig eingesetzt. Auch im Bereich der Publikumshaarfarben sind flüssige Farbträgermassen von großer Bedeutung. Sie haben den Vorteil, daß die enthaltenen Rohstoffe preisgünstig zur Verfügung stehen und die flüssigen Farbträgermassen produktionstechnisch einfach herstellbar sind.

30 25 In der Färbepraxis werden die flüssigen Farbträgermassen meist in Verbindung mit wäßrigen Wasserstoffperoxidlösungen, zum Beispiel im Verhältnis 1 : 1 oder auch 1 : 2, angewandt. Die Mischung der flüssigen Farbträgermasse mit der Wasserstoffperoxid-Lösung kann zum Beispiel in einer Auftrageflasche erfolgen, mit der das gebrauchsfertige Oxidationshaarfärbemittel nach dem Mischen auf das zu färbende Haar aufgebracht wird.

35 30 Die flüssigen Farbträgermassen haben jedoch eine Reihe gravierender Nachteile.

35 35 So färben sich die flüssigen Farbträgermassen nach dem Zumischen der Wasserstoffperoxid-Lösung sehr rasch dunkel. Das mit dem nun gebrauchsfertigen Oxidationshaarfärbemittel in Kontakt gebrachte Haar nimmt die Färbung deutlich langsamer an. Die vorzeitige Dunkelfärbung des Oxidationshaarfärbemittels hat den nachteiligen Effekt, daß das Färbemittel zu früh ausgespült wird, so daß häufig die beabsichtigte Farbintensität durch eine zu kurze Einwirkzeit auf dem Haar nicht erreicht wird.

40 40 Die üblichen flüssigen Farbträgermassen haben zudem den Nachteil, daß sie den enthaltenen Ammoniak sehr leicht an die Umgebung abgeben, was eine unerwünschte Geruchsbelästigung zur Folge hat. Darüber hinaus sind flüssige Haarfärbemittel für ihre unzureichende Hautverträglichkeit bekannt, insbesondere wenn sie der Hellerfärbung des Haares dienen.

45 45 Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es daher, ein Mittel zum oxidativen Färben von Haaren auf der Basis einer flüssigen Farbträgermasse sowie ein Haarfärbeverfahren unter Verwendung dieses Mittels zur Verfügung zu stellen, das die geschilderten Nachteile bekannter, auf flüssigen Farbträgermassen basierender Mittel zum oxidativen Färben von Haaren nicht aufweist.

50 50 Es wurde nunmehr gefunden, daß sich Mittel zum oxidativen Färben von Haaren durch Vermischen einer flüssigen Farbträgermasse und einer emulsionsförmigen, das Oxidationsmittel enthaltenden Zubereitung herstellen lassen, die gut hautverträglich sind, bei denen das Färbeergebnis nachteilig beeinflussende, vorzeitige Nachdunkeln nach dem Zumischen des Oxidationsmittels weitgehend vermieden wird und von denen im Vergleich zu bekannten Mitteln eine weitaus geringere Geruchsbelästigung durch aus dem Mittel entweichenden Ammoniak ausgeht.

55 55 Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind daher Mittel zum oxidativen Färben von Haaren, erhalten durch Vermischen einer Komponente (A), welche eine flüssige Farbträgermasse mit einer Viskosität unter 100 mPa · s bei 30 Grad Celsius ist, und einer Komponente (B), welche eine emulsionsförmige, 2,5 bis 12 Gewichtsprozent mindestens eines C<sub>10</sub>-bis C<sub>24</sub>-Fettalkohols natürlicher oder synthetischer Herkunft und ein Oxidationsmittel enthaltende Zusammensetzung ist, im Gewichtsverhältnis der Komponente (A) zu der Komponente (B) 1 : 1,5 bis 1 : 4.

60 60 In einer besonderen Ausführungsform des erfindungsgemäßen Mittels beträgt das Gewichtsverhältnis der Komponente (A) zur Komponente (B) 1 : 2 bis 1 : 3. Die Viskosität der flüssigen Farbträgermasse wurde mit einer Haake-Viskowage (Stab II, 5 Gramm) bei 30 Grad Celsius bestimmt.

65 65 Der in der emulsionsförmigen, oxidationsmittelhaltigen Komponente (B) enthaltende Fettalkohol natürlicher oder synthetischer Herkunft ist vorzugsweise eine C<sub>14</sub>- bis C<sub>20</sub>-Fettalkohol. Beispiele für Fettalkohole, die in der Komponente (B) enthalten sein können, sind Cetyl- und Stearylalkohol oder deren Gemisch.

70 70 Die Komponente (B) enthält 1 bis 18 Gewichtsprozent, besonders bevorzugt jedoch 4 bis 14 Gewichtsprozent eines Oxidationsmittels. Als Oxidationsmittel zur Entwicklung der Haarfärbung kommen hauptsächlich Wasserstoffperoxid, beziehungsweise dessen Additionsverbindungen an Harnstoff, Melanin und Natriumborat in Betracht. Besonders bevorzugt enthält die Komponente (B) 1 bis 18 Gewichtsprozent Wasserstoffperoxid.

75 75 Die Komponente (A) enthält 2 bis 30 Gewichtsprozent, besonders bevorzugt 8 bis 16 Gewichtsprozent gesättigte oder ungesättigte C<sub>10</sub>- bis C<sub>24</sub>-Fettsäuren natürlicher oder synthetischer Herkunft bevorzugt jedoch C<sub>16</sub>- bis C<sub>22</sub>-Fettsäuren oder deren Gemische. Beispiele für derartige Fettsäuren, die in der Komponente (A) enthalten sein können, sind Erucasäure, Myristinsäure, Ricinolsäure, Laurinsäure, Palmitinsäure und Ölsäure. Die Fettsäuren werden bevorzugt durch den Zusatz von Ammoniak in Form ihrer Ammoniumseifen im erfin-

dungsgemäßen Haarfärbemittel gelöst. An Stelle des Ammoniaks können jedoch auch aliphatische Amine, zum Beispiel Monoethanolamin, verwendet werden. ~

In der Komponente (A) können ferner 2 bis 30, bevorzugt jedoch 12 bis 18, Gewichtsprozent niedermolekulare C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkohole, C<sub>2</sub>- bis C<sub>6</sub>-Glykole, wie zum Beispiel Ethanol, Propanol, Isopropanol, Ethylenglykol, 1,2-Propylenglykol oder Butylglykol, oder Gemische derselben enthalten sein. 5

Die Komponente (A) kann zudem einen Gehalt an 0,1 bis 25 Gewichtsprozent nicht-ionische Emulgatoren aufweisen. Besonders bevorzugt enthält das erfundungsgemäße Haarfärbemittel 10 bis 20 Gewichtsprozent nichtionische Emulgatoren. Als nichtionische Emulgatoren können insbesondere oxyethylierte C<sub>10</sub>- bis C<sub>20</sub>-Fettalkohole oder oxethylierte Alkylphenole mit einem C<sub>6</sub>- bis C<sub>14</sub>-Alkylrest oder Gemische derselben eingesetzt werden. Die in der Komponente (A) enthaltenen Fettalkohole und Alkylphenole sind mit 1 bis 8, bevorzugt jedoch mit 1 und 6, Ethylenoxideinheiten oxethyliert. 10

Die Komponente (A) enthält mindestens eine Kupplersubstanz und mindestens eine Entwicklersubstanz sowie gegebenenfalls zusätzlich mit sich selbst kuppelnde Farbvorstufen und direkt auf das Har aufziehende Farbstoffe. Die Entwickler- und Kupplersubstanzen werden in den Haarfärbemitteln entweder als solche oder in Form ihrer physiologisch unbedenklichen Salze mit anorganischen oder organischen Säuren, wie zum Beispiel als Chlorid, Sulfat, Phosphat, Acetat, Propionat, Lactat oder Citrat, eingesetzt. 15

Die Kupplersubstanzen werden im allgemeinen in etwa äquimolarer Menge, bezogen auf die verwendeten Entwicklersubstanzen, eingesetzt. Wenn sich auch der äquimolare Einsatz als zweckmäßig erweist, so ist es doch nicht nachteilig, wenn die Kupplersubstanzen in einem gewissen Überschuß oder Unterschuß zum Einsatz kommen. Es ist ferner nicht notwendig, daß die Entwicklerkomponente und die Kupplerkomponente einheitliche Produkte darstellen, vielmehr kann sowohl die Entwicklerkomponente ein Gemisch von bekannten Entwicklersubstanzen als auch die Kupplerkomponente ein Gemisch von bekannten Kupplersubstanzen darstellen. 20

Die flüssige Farbträgermasse, Komponente (A), enthält als bekannte Kupplersubstanzen, allein oder im Gemisch miteinander, insbesondere 1-Naphthol, 4-Methoxy-1-naphthol, Resorcin, 4-Chlorresorcin, 4,6-Dichlorresorcin, 2-Methylresorcin, 3-Aminophenol, 4-Hydroxy-1,2-methylendioxybenzol, 4-Amino-1,2-methylendioxybenzol, 4-(β-Hydroxyethylamino)-1,2-methylendioxybenzol, 4-Hydroxyindol, 5-Hydroxy-benzodioxol-(1,3), 5-Amino-benzodioxol-(1,3), 5-((2-Hydroxyethyl)amino)benzodioxol-(1,3) und 5-Amino-2-methylphenol. Weitere geeignete Kupplersubstanzen sind zum Beispiel 2,4-Dihydroxyphenolether wie 2,4-Dihydroxyanisol und 2,4-Dihydroxyphenoxyethanol. 25

Von den bekannten Entwicklersubstanzen kommen als Bestandteil der erfundungsgemäßen Farbträgermasse vor allem 1,4-Diaminobenzol, 2,5-Diaminotoluol, 2,5-Diaminoanisol, 2,5-Diaminobenzylalkohol, 3-Methyl-4-aminophenol, 2-(β-Hydroxyethyl)-1,4-diaminobenzol, Tetraaminopyrimidin, 2-(2',5'-Diamino-phenyl)-ethanol und 4-Aminophenol in Betracht. 30

Zur Haarfärbung bekannte und übliche Oxidationsfarbstoffe, die in der Komponente (A) enthalten sein können, sind unter anderem in dem Buch von E. Sagarin, "Cosmetics, Science and Technology", Interscience Publishers Inc., New York (1957), Seiten 503 ff, sowie in dem Buch von H. Janistyn, "Handbuch der Kosmetika und Riechstoffe" (1973), Seiten 338 ff, beschrieben. 35

Die Gesamtmenge der in der Komponente (A) enthaltenen Entwicklersubstanz-Kupplersubstanz-Kombination soll 0,01 bis 12,0 Gewichtsprozent, insbesondere 0,2 bis 4,0 Gewichtsprozent, betragen. 40

Zur Erzielung gewisser Farbnuancen können ferner auch übliche direktziehende Farbstoffe, beispielsweise Triphenylmethanfarbstoffe wie Diamond Fuchsine (C.I. 42 510) und Leather Ruby HF (C.I. 42 520), aromatische Nitrofarbstoffe wie 2-Amino-4,6-dinitro-phenol, 2-Nitro-4-(β-hydroxyethylamino)-anilin, 2-N-β,-Dihydroxypropylamino-5-(N-methyl, N-hydroxyethylamino-nitrobenzol und 2-Amino-4-nitrophenol, Azofarbstoffe wie Acid Brown 4 (C.I. 14 805) und Acid Blue 135 (C.I. 13 385), Anthrachinonfarbstoffe wie Disperse Violet 4 (C.I. 61 105), Disperse Blue 1 (C.I. 64 500), Disperse Red 15 (C.I. 60 710), Disperse Violet 1 (C.I. 61 100), außerdem 1,4,5,8-Tetraaminoanthrachinon und 1,4-Diaminoanthrachinon, in der Komponente (A) enthalten sein. Die Komponente (A) kann weiterhin auch mit sich selbst kuppelnde Farbvorstufen, wie zum Beispiel 2-Amino-5-methylphenol, 2-Amino-6-methylphenol, 2-Amino-5-ethoxyphenol oder auch 2-Propylamino-5-aminopyridin, enthalten. Die Gesamtmenge der direkt ziehenden Farbstoffe und der mit sich selbst kupplenden Farbstoffvorstufen beträgt in der Komponente (A) 0,01 bis 7,0 Gewichtsprozent, vorzugsweise 0,2 bis 4,0 Gewichtsprozent. 45

Darüberhinaus können in der Komponente (A) Antioxidantien wie Ascorbinsäure, Resorcin oder Natriumsulfit und Komplexbildner für Schwermetalle, beispielsweise Ethylendiamintetraacetat und Nitriloessigsäure in einer Menge von bis zu 0,5 Gewichtsprozent enthalten sein. Parfümöl können in der erfundungsgemäßen Farbträgermasse bis zu einer Menge von 1 Gewichtsprozent enthalten sein. Die Komponente (A) kann zudem Netzmittel, Emulgatoren, Pflegestoffe, kationische Harze und andere übliche Zusatzstoffe enthalten. 50

Die vorstehenden Gewichtsprozentangaben sind nicht auf das gebrauchsfertige Mittel, sondern jeweils auf die Komponente (A) beziehungsweise auf die Komponente (B) bezogen. 55

Das durch Mischen der Komponente (A) mit der Komponente (B) in einem erfundungsgemäßen Mengenverhältnis entstehende gebrauchsfertige Mittel zum oxidativen Färben der Haare kann sauer, neutral oder alkalisch eingestellt sein. Der pH-Wert des erfundungsgemäßen Mittels zum oxidativen Färben der Haare liegt bevorzugt zwischen 7,5 und 12,0. 60

Bei der Anwendung des zuvor beschriebenen Oxidationshaarfärbemittels nach dem erfundungsgemäßen Verfahren vermischt man die flüssige Farbträgermasse (Komponente (A)) unmittelbar vor dem Gebrauch in einem erfundungsgemäßen Gewichtsverhältnis von 1 : 1,5 bis 1 : 4 mit der Wasserstoffperoxid-Emulsion (Komponente (B)) und trägt eine für die Haarfärbung ausreichende Menge, je nach Haarfülle, im allgemeinen 90 bis 160 g, dieses Gemisches auf das Haar auf. Man läßt das Gemisch bei 15 bis 50 Grad Celsius etwa 5 bis 60 Minuten, vorzugsweise 30 Minuten, lang auf das Haar einwirken, spült sodann das Haar mit Wasser aus, wäscht gegebenenfalls, spült nach und trocknet. 65

Die nachfolgenden Beispiele sollen den Gegenstand der Erfindung näher erläutern.

Beispiele

Beispiel 1

5

Oxidationshaarfarbemittel zur Hellerfärbung

flüssige Farbträgermasse (Komponente A)

10	12,0 g	Erucasäure
	15,0 g	Nonylphenol oxethyliert mit 4 Mol Ethylenoxid
	0,5 g	para-Phenyldiamin
	0,07 g	Resorcin
15	5,0 g	Natriumlaurylalkohol-diglykolethersulfat, 28%ige wäßrige Lösung
	1,0 g	Ethyldiamintetraessigsäure-Dinatriumsalz
	25,0 g	Ethanol
	23,43 g	Wasser
20	<u>18,0 g</u>	Ammoniak, 25%ig
	<u>100,0 g</u>	

Wasserstoffperoxid-Emulsion (Komponente B)

25	10,0 g	Cetylstearylalkohol
	1,5 g	Cholesterin
	4,0 g	Natriumlaurylalkohol-diglykolethersulfat, 28%ige wäßrige Lösung
30	35,0 g	Wasserstoffperoxid, 35%ig
	0,3 g	Parfüm
	<u>49,0 g</u>	Wasser
	<u>100,0 g</u>	

35 Man vermischt vor dem Gebrauch 40 g der flüssigen Farbträgermasse mit 80 g der Wasserstoffperoxid-Emulsion, entsprechend einem Mischungsverhältnis von 1 : 2, trägt 120 g des Gemisches auf mittelbraune, menschliche Haare auf und lässt das Gemisch 20 Minuten lang bei Raumtemperatur einwirken. Danach wird das Haarfärbegemisch mit Wasser ausgespült und das Haar getrocknet. Das so behandelte Haar ist vom Ansatz bis zu den Haarspitzen gleichmäßig hellbraun gefärbt. Das erfindungsgemäße Mittel zum oxidativen Färben von Haaren dunkelt nach dem Vermischen der beiden Komponenten nur geringfügig nach; riecht nur schwach nach Ammoniak und ist gut hautverträglich.

Beispiel 2

45

Oxidationshaarfarbemittel

flüssige Farbträgermasse (Komponente A)

50	12,0 g	Erucasäure
	15,0 g	Nonylphenol oxethyliert mit 4 Mol Ethylenoxid
	3,0 g	Natriumlaurylalkohol-diglykolethersulfat, 28%ige Lösung
	0,1 g	Ethyldiamintetraessigsäure
	0,3 g	Ascorbinsäure
55	2,8 g	2,5-Diaminotoluolsulfat
	1,0 g	Resorcin
	0,4 g	m-Aminophenol
	0,2 g	2-Amino-4-(2'-hydroxyethylamino)-anisolsulfat
	10,2 g	Ammoniak, 25%ig
60	16,0 g	Ethanol
	<u>37,0 g</u>	Wasser
	<u>100,0 g</u>	

65

## Wasserstoffperoxid-Emulsion (Komponente B)

10,0 g	Cetylstearylalkohol
1,5 g	Cholesterin
4,0 g	Natriumlaurylalkohol-diglykolethersulfat, 28%ige wäßrige Lösung
17,0 g	Wasserstoffperoxid, 35%ig
0,3 g	Parfüm
<u>67,0 g</u>	Wasser
<u>100,0 g</u>	

5

10

Man vermischt vor dem Gebrauch 40 g der flüssigen Farbträgermasse mit 80 g der Wasserstoffperoxid-Emulsion, entsprechend einem Mischungsverhältnis von 1 : 2, trägt 120 g des Gemisches auf graues, menschliches Haar auf und lässt das Gemisch 20 Minuten lang bei Raumtemperatur einwirken. Anschließend wird das Haarfärbegemisch mit Wasser ausgespült und das Haar getrocknet. Das erfindungsgemäße Mittel zum oxidativen Färben von Haaren riecht nur schwach nach Ammoniak, dunkelt nach dem Zumischen des Oxidationsmittels kaum nach und ist gut hautverträglich. Das so behandelte Haar hat einen gleichmäßigen, dunkelbraunen Ton angenommen.

15

## Beispiel 3

20

## Oxidationshaarfärbemittel

flüssige Farbträgermasse (Komponente A)	
12,0 g	Oelsäure
15,0 g	Nonylphenol oxethyliert mit 4 Mol Ethylenoxid
16,0 g	Ethanol rein
5,0 g	Natriumlaurylalkohol-diglykolethersulfat, 28%ige Lösung
0,1 g	Ethyldiamintetraessigsäure-Dinatriumsalz
0,3 g	Ascorbinsäure
0,6 g	2,5-Diaminotoluolsulfat
0,3 g	Resorcin
0,02 g	m-Aminophenol
12,0 g	Ammoniak, 25%ig
<u>38,68 g</u>	Wasser
<u>100,0 g</u>	

25

30

35

40

Man vermischt vor dem Gebrauch 40 g der flüssigen Farbträgermasse mit 80 g der Wasserstoffperoxid-Emulsion aus Beispiel 2 (Komponente (B)), entsprechend einem Mischungsverhältnis von 1 : 2, trägt 120 g des Gemisches auf graues, menschliches Haar auf und lässt das Gemisch 20 Minuten lang bei Raumtemperatur einwirken. Danach wird das Haarfärbemittel mit Wasser ausgespült und das Haar getrocknet. Das erfindungsgemäße Mittel zum oxidativen Färben von Haaren riecht nur schwach nach Ammoniak, dunkelt nach dem Zumischen des Oxidationsmittels kaum nach und ist gut hautverträglich. Das so behandelte graue Haar hat eine gleichmäßige hellblonde Farbe angenommen.

45

50

## Vergleichsbeispiel A

## Hautverträglichkeit bei der Hellerfärbung

Zum Vergleich der Hautverträglichkeit des erfindungsgemäßen Oxidationshaarfärbemittels mit bereits bekannten Oxidationshaarfärbemitteln wird ein Halbseitenversuch durchgeführt. Auf die linke Kopfhälfte von zehn Versuchsteilnehmern wird ein übliches Oxidationshaarfärbemittel, das durch Vermischen von 20 g der flüssigen Farbträgermasse aus Beispiel 1 und 40 g eines üblichen Wasserstoffperoxid-Präparates der folgenden Zusammensetzung hergestellt wird, auf menschliches, mittelbraunes Haar aufgetragen.

55

60

65

## übliches Wasserstoffperoxid-Präparat

35,0 g	Wasserstoffperoxid, 35%ig
62,0 g	Wasser
3,0 g	Copolymer von Methacrylsäure und einem Polyethylenglykolstearylether, bei dem ein oder mehrere Monomere aus Acrylsäure, Methacrylsäure oder ihren einfachen Estern bestehen und der Polyethylenglykolstearylether zwanzig Oxyethylenenheiten enthält
<u>100,0 g</u>	

65

Auf die rechte Kopfhälfte der Versuchsteilnehmer werden 60 g des erfindungsgemäßen, gebrauchsfertigen Oxidationshaarfarbemittels gemäß Beispiel 1 auf das Haar aufgetragen. Man läßt beide Mittel 20 Minuten bei Raumtemperatur auf Haar und Kopfhaut einwirken, spült dann mit Wasser aus, wäscht das Haar mit Shampoo, spült nach und trocknet sodann.

5 Während der Einwirkungszeit der beiden Mittel zum oxidativen Färben von Haaren spürten die Versuchsteilnehmer auf der linken Kopfhälfte ein deutlich stärkeres Brennen auf der Kopfhaut, als auf der rechten Kopfhälfte, die mit dem erfindungsgemäßen Oxidationshaarfarbemittel behandelt wurde.

Nach dem Auswaschen der beiden Mittel zeigt die linke Kopfhälfte bei 30% der Versuchsteilnehmer eine deutliche Rötung der Kopfhaut. Das erfindungsgemäße Mittel rief bei keinem der Versuchsteilnehmer Rötungen der Kopfhaut hervor.

10 Der Vergleichsversuch zeigt überzeugend die gute Hautverträglichkeit des erfindungsgemäßen Oxidationshaarfarbemittels.

#### Vergleichsbeispiel B

##### 15 Ammoniakgeruch des Mittels

Um die vom erfindungsgemäßen Oxidationshaarfarbemittel eventuell ausgehende Geruchsbelästigung durch entweichenden Ammoniak mit der von üblichen Oxidationshaarfarbemitteln hervorgerufenen Geruchsbelästigung zu vergleichen, wurde ein Halbseitenversuch mit einem üblichen Oxidationshaarfarbemittel durchgeführt.

20 Das übliche Oxidationshaarfarbemittel wurde zunächst durch Vermischen von 20 g der flüssigen Farbträgermasse gemäß Beispiel 2 mit 40 g eines üblichen Wasserstoffperoxid-Präparats mit folgender Zusammensetzung hergestellt:

##### 25 übliches Wasserstoffperoxid-Präparat

17,0 g	Wasserstoffperoxid, 35%ig
81,5 g	Wasser
1,5 g	Copolymer von Methacrylsäure und einem Polyethylenglykolstearylather, bei dem ein oder mehrere Monomere aus Acrylsäure, Methacrylsäure oder ihren einfachen Estern bestehen und der Polyethylenglykolstearylather zwanzig Oxyethyleneneinheiten enthält
100,0 g	

30 :1] Jeweils 60 g dieses Oxidationshaarfarbemittels wurde sodann auf die linke Kopfhälfte von zehn Versuchsteilnehmern mit ergrautem Haar aufgetragen.

35 Als Vergleich dienten 60 g des erfindungsgemäßen gebrauchsfertigen Oxidationshaarfarbemittels zum oxidativen Färben von Haaren gemäß Beispiel 2, die jeweils auf die rechte Kopfhälfte aufgetragen wurden.

40 Beide Mischungen wurden während einer Einwirkungszeit von 20 Minuten im Hinblick auf ihren Ammoniakgeruch beurteilt.

45 Die an den Versuchen beteiligten Friseure kamen übereinstimmend zu dem Ergebnis, daß die mit dem erfindungsgemäßen Mittel behandelte rechte Kopfhälfte deutlich schwächer nach Ammoniak roch, während von der linken Kopfhälfte eine starke Geruchsbelästigung durch entweichenden Ammoniak ausging.

#### Vergleichsbeispiel C

##### 45 Nachdunkeln des Zweikomponentenmittels

50 In einem weiteren Vergleichsversuch wurde das erfindungsgemäße Oxidationshaarfarbemittel gemäß Beispiel 3 mit einem üblichen Oxidationshaarfarbemittel hinsichtlich des Nachdunkelns der Masse nach dem Vermischen der beiden Komponenten verglichen.

55 Das übliche Oxidationshaarfarbemittel wurde zunächst durch Vermischen von 20 g der flüssigen Farbträgermasse des Beispiel 3 mit 40 g eines üblichen Wasserstoffperoxid-Präparates der folgenden Zusammensetzung hergestellt:

##### 55 übliches Wasserstoffperoxid-Präparat

17,0 g	Wasserstoffperoxid, 35%ig
81,5 g	Wasser
1,5 g	Copolymer von Methacrylsäure und einem Polyethylenglykolstearylather, bei dem ein oder mehrere Monomere aus Acrylsäure, Methacrylsäure oder ihren einfachen Estern bestehen und der Polyethylenglykolstearylather zwanzig Oxyethyleneneinheiten enthält
100,0 g	

60 :65 Jeweils 60 g dieser Mischung wurde auf die linke Kopfhälfte von zehn Versuchsteilnehmern mit ergrautem Haar aufgetragen.

65 Die rechte Kopfhälfte wurde mit jeweils 60 g des erfindungsgemäßen Oxidationshaarfarbemittels gemäß Beispiel 3 behandelt. Während der Einwirkungszeit von 20 Minuten bei Raumtemperatur wurde das Nachdunkeln

keln der beiden Mittel von den Friseuren beurteilt.

Der Vergleichsversuch ergab, daß das erfindungsgemäße Oxidationshaarfärbemittel wesentlich schwächer nachdunkelt als das auf die linke Kopfhälfte aufgetragene, übliche Oxidationshaarfärbemittel. Da das erfindungsgemäße Mittel nur schwach nachdunkelt, läßt sich das gewünschte Farbergebnis sicher erreichen. Die bei üblichen Oxidationshaarfarben infolge zu raschen Nachdunkelns auftretenden Fehleinschätzungen der bereits erzielten Farbintensität, die zu unbeabsichtigt schwachen Färbungen führen, können durch das erfindungsgemäß Be Mittel ausgeschlossen werden. 5

Alle in der vorliegenden Anmeldung angegebenen Prozentzahlen stellen Gewichtsprozent dar.

## Patentansprüche

10

1. Mittel zum oxidativen Färben von Haaren, erhalten durch Vermischen einer Komponente (A), welche eine flüssige Farbträgermasse mit einer Viskosität unter  $100 \text{ mPa} \cdot \text{s}$  bei 30 Grad Celsius ist, und einer Komponente (B), welche eine emulsionsförmige, 2,5 bis 12 Gewichtsprozent mindestens eines  $C_{10}$ - bis  $C_{24}$ -Fettalkohols natürlicher oder synthetischer Herkunft und ein Oxidationsmittel enthaltende Zusammensetzung ist, im Gewichtsverhältnis der Komponente (A) zu der Komponente (B) 1 : 1,5 bis 1 : 4. 15
2. Mittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Gewichtsverhältnis der Komponente (A) zu der Komponente (B) 1 : 2 bis 1 : 3 beträgt.
3. Mittel nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponente (A) 2 bis 30 Gewichtsprozent gesättigte oder ungesättigte  $C_{10}$ - bis  $C_{24}$ -Fettsäuren oder deren Gemische enthält. 20
4. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponente (A) 2 bis 30 Gewichtsprozent  $C_1$ - bis  $C_4$ -Alkohole,  $C_2$ - bis  $C_6$ -Glykole oder deren Gemische enthält.
5. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponente (A) 0,1 bis 25 Gewichtsprozent nicht-ionische Emulgatoren enthält.
6. Mittel nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß der nicht-ionische Emulgator ein oxethylierter  $C_{10}$ - bis  $C_{20}$ -Fettalkohol, ein oxethyliertes Alkylphenol mit einem  $C_6$ - bis  $C_{14}$ -Alkylrest, oder deren Gemisch ist. 25
7. Mittel nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß der oxethylierte Fettalkohol und das oxethylierte Alkylphenol mit 1 bis 8 Ethylenoxideinheiten oxethyliert sind.
8. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponente (A) 0,01 bis 12,0 Gewichtsprozent einer Entwicklersubstanz-Kupplersubstanz-Kombination enthält.
9. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponente (A) 0,01 bis 7,0 Gewichtsprozent direktziehende Farbstoffe und mit sich selbst kupplende Farbstoffvorstufen enthält. 30
10. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponente (B) 1 bis 18 Gewichtsprozent eines Oxidationsmittels enthält.
11. Mittel nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponente (B) Wasserstoffperoxid in einer Menge von 1 bis 18 Gewichtsprozent enthält. 35
12. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß der in der Komponente (B) enthaltende Fettalkohol natürlicher oder synthetischer Herkunft ein  $C_{14}$ - bis  $C_{20}$ -Fettalkohol ist.
13. Verfahren zum oxidativen Färben von Haaren, dadurch gekennzeichnet, daß man ein Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 12 herstellt, indem man unmittelbar vor dem Gebrauch die Komponente (A) und die Komponente (B) in einem Verhältnis von 1 : 1,5 bis 1 : 4 vermischt, sodann eine für die Haarfärbung ausreichende Menge des Mittels auf die Haare aufträgt, es dort 5 bis 60 Minuten lang bei einer Temperatur von 15 bis 50 Grad Celsius einwirken läßt, anschließend die Haare mit Wasser spült und sodann trocknet. 40

45

50

55

60

65

**—Leerseite—**

emulsion component contg. dye and 6-30 wt.% of a thickener mixt., with (B) an emulsion component contg. an oxidn. agent and 3-12 wt.% of a thickener mixt., the thickener in (A) contains 60-100 wt.%, w.r.t. total thickener, of 10-24C fatty alcohols, the thickener in (B) contains 75-100% w.r.t. total thickener, of 10-24C fatty alcohols, and the ratio of (A):(B) is 1:1.7-3.

- Components (A) and (B) are mixed in ratio 1:1.7-3 just before use, and the required amt. of the mixt. is allowed to act on the hair for 10-45 mins. at 15-50 deg.C, followed by rinsing with water and drying.
- ADVANTAGE - Components (A) and (B) have similar consistencies and are easily mixed together, and are easily removed from the packaging, esp. a tube. The dye compsn. has higher viscosity than usual oxidn. dye compsns., making appln., e.g. with a brush, easy.

(8pp)

2/4 WPIL - (C) Derwent

TI - Oxidative hair dyeing compsn. not subject to premature darkening - comprises liq. dye precursor component and oxidising component contg. long chain fatty alcohol

DC - D21 E17

PA - (WELA ) WELLA AG

PN - DE4005008 A 19910822 DW1991-35 \*

AP: 1990DE-4005008 19900219

- WO9111985 A 19910822 DW1991-36

DSNW: JP US

- JP04505459 W 19920924 DW1992-45 A61K-007/13 5p

FD: Based on WO9111985

AP: 1991JP-0503700 19910204; 1991WO-EP00204 19910204

- JP94062395 B2 19940817 DW1994-31 A61K-007/13 6p

FD: Based on JP4505459; Based on WO9111985

AP: 1991JP-0503700 19910204; 1991WO-EP00204 19910204

- DE4005008 C2 19950105 DW1995-05 A61K-007/13 7p

AP: 1990DE-4005008 19900219

DS - DSNW: JP US

PR - 1990DE-4005008 19900219

AB - DE4005008 A

Compsn. for oxidative dyeing of hair is prep'd. by mixing (A) a liq. dye precursor component of viscosity below 100 mPa.s at 30 deg.C and (B) an emulsion-formign compsn. contg. 2.5-12 wt.% at least one 10-24C fatty alcohol (I), natural or synthetic and an oxidising agent (II). The wt. ratio (A):(B) = 1:1.5-4.

- The (A):(B) ratio is specifically 1:2-3. (A) pref. contains (by wt.) 2-30% at least one 10-24C satd. or unsatd. fatty acid (III); 2-30% 1-4C alcohol and/or 2-6C glycol; 0.1-25% nonionic emulsifier, 0.01-12% developer/coupler combination; and 0.01-7% direct dye or self-coupling dye precursor.

- The emulsifier in (A) is pref. an ethoxylated (esp. 1-8 ethylene oxide) 10-20C fatty alcohol and/or 6-14C alkylphenol, and component (III) is a 16-22C acid at 8-16 wt.%. The alcohol/glycol is pref. 12-18 wt.%, and component (A) may also contain

THIS PAGE BLANK (USPTO)

antioxidant, metal chelating agent, perfume, wetting agent, etc.

- USE/ADVANTAGE - The compsn. is tolerated by the skin; has relatively low ammonia odour, and premature darkening when the 2 components are mixed does not occur. (Dwg.0/0)

3/4 WPIL - (C) Derwent

TI - Carbon thread, fibre or mat with metal coating - obt. by electroless plating where coated threads are used with polymers to form composite prods. with very high strength

DC - A60 F01 L02 M13 P42 P73

PA - (FARB) BAYER AG

PN - DE3106506 A 19821007 DW1982-41 9p \*

- JP57149551 A 19820916 DW1982-43
- EP-65618 A 19821201 DW1982-49 Ger
- DSR: BE CH DE FR GB IT LI NL SE
- CA1176510 A 19841023 DW1984-47
- US4481249 A 19841106 DW1984-47
- AP: 1983US-0507873 19830624

DS - DSR: BE CH DE FR GB IT LI NL SE

LA - German; Ger

PR - 1981DE-3106506 19810221

AB - DE3106506 A

Carbon threads, fibres or mats are provided with a metal coating by electroless plating. The coating pref. consists of Ni, Co, Cu, Au, Ag, or alloys of these metals with each other or with iron; and the coating is pref. 0.05-10 microns thick. The carbon threads, fibres or mats pref. have a structure similar to that of graphite, and a modulus of elasticity above 300,000 MPa; the carbon pref. forms more than 80% of the coated prod., which is used esp. to reinforce polymer matrices.

- The mfr. of composite prods. or materials, consisting of polymers and the coated carbon threads, etc., where the metal coating provides a substantial increase in the strength of the composite prods.

4/4 WPIL - (C) Derwent

TI - Novel compsn for bleaching human hair

DC - A22 A96 D21 E13 E16

PA - (OREA) L'OREAL SA

PN - BE-753037 A 0 DW1971-02 \*

- DE2034202 A 0 DW1971-07
- FR2051629 A 0 DW1971-27
- CH-525672 A 0 DW1972-42
- GB1294500 A 0 DW1972-43
- US3726638 A 0 DW1973-17
- CA-961411 A 19750121 DW1975-06
- DE2034202 B 19781019 DW1978-43

PR - 1970LU-0060405 19700225; 1960LU-0059072 19600709; 1969LU-0059072 19690709

AB - BE-753037 A

Compsn. for bleaching human hair contains a conventional oxidant

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**